

红花定量压制饮片压制前后的煎煮效率比较

唐安玲¹, 贺宝莹¹, 王聪颖¹, 宋英^{2*}, 李圆圆¹

(1. 成都中医药大学, 成都 610075; 2. 成都中医药大学附属医院, 成都 610072)

[摘要] 目的: 比较红花定量压制饮片压制前后的煎煮效率。方法: 采用 HPLC 测定羟基红花黄色素 A (HSYA) 含量, 流动相 0.7% 磷酸溶液-乙腈-甲醇 (77:2:21, 以三乙胺调节 pH 6.0 ± 0.1), 检测波长 403 nm。以 HSYA 提取量和干膏收率的综合评分为指标, 比较红花定量压制饮片和压制前饮片的溶出曲线, 考察压制饮片对红花单味药和桃红四物汤煎煮效率的影响。结果: 红花定量压制饮片压制前后的 HSYA 溶出行为相似, HSYA 含量在煮沸 20 min 后下降趋势明显。红花定量压制饮片中 HSYA 提取量和干膏收率的综合评分均高于压制前饮片, 且差异显著。结论: 与压制前饮片相比, 定量压制饮片未改变红花药材质量, 在一定程度上具有更高的煎煮效率。

[关键词] 红花; 定量压制饮片; 羟基红花黄色素 A; 煎煮效果; 桃红四物汤; 溶出曲线; 相似性评价

[中图分类号] R283.6 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2014)15-0037-04

[doi] 10.13422/j.cnki.syfjx.2014150037

[网络出版地址] <http://www.cnki.net/kcms/detail/11.3495.R.20140609.1547.020.html>

[网络出版时间] 2014-06-09 15:47

Comparison of Extraction Efficiency of Quantitative Compressed Pieces and Traditional Pieces of Carthami Flos

TANG An-ling¹, HE Bao-ying¹, WANG Cong-ying¹, SONG Ying^{2*}, LI Yuan-yuan¹

(1. Chengdu University of Traditional Chinese Medicine (TCM), Chengdu 610075, China;

2. Teaching Hospital of Chengdu University of TCM, Chengdu 610072, China)

[Abstract] **Objective:** To compare extraction efficiency between compressed pieces and traditional pieces of Carthami Flos. **Method:** HPLC was used to determine the content of hydroxysafflor yellow A (HSYA) with mobile phase of 0.7% phosphoric acid-acetonitrile-methanol (77:2:21, adjusted pH to 6.0 ± 0.1 with triethylamine) and detection wavelength at 403 nm. With composite score of extracting amount of HSYA and yield of dry extract as index, synthetic weighted mark method was adopted to evaluate boiling curve of compressed pieces and traditional pieces of Carthami Flos at different decocting time, extraction efficiency of compressed pieces on single herb decoction and compound decoction of Carthami Flos was investigated. **Result:** Dissolution behavior of compressed pieces and traditional pieces of Carthami Flos was similar, the content of HSYA had obvious downtrend after being boiled 20 min. Extracting amount of HSYA and yield of dry extract in compressed pieces were greatly more than they were in traditional pieces, which had significant differences. **Conclusion:** Compared with herbal traditional slices, quantitative compressed pieces not only did not change quality of Carthami Flos, but also had higher extraction efficiency to a certain extent.

[Key words] Carthami Flos; quantitative compressed pieces; hydroxysafflor yellow A; extraction efficiency; Taohong Siwu decoction; dissolution curve; similarity evaluation

[收稿日期] 20131120(010)

[基金项目] 四川省科学技术厅科技支撑计划项目(2011SZ0311)

[第一作者] 唐安玲, 硕士, 从事中药新药与新剂型研究, Tel:13438021065, E-mail:434391498@qq.com

[通讯作者] * 宋英, 硕士, 主任中药师, 从事中药学研究, Tel:028-87783735, E-mail:806380106@qq.com

红花味辛、甘,性微温,入心、肝经,功效活血通经、散瘀止痛,具有抗凝、防栓、扩张血管的活性,能有效防治心脑血管疾病^[1-2],主要有效成分有色素类、黄酮类及核苷类等^[3]。但红花由于密度较小、流动性较差,传统饮片不利于定量小包装和药房调剂^[4]。压制饮片是在不改变饮片外观形状及内在质量、不添加任何辅料的条件下,将饮片制成一定形状,用适当包装材料封装,由配方药师直接调配无需称量的一种饮片包装方式^[5]。将红花压制成定量压制饮片后,具有便于携带、调剂、机械化包装等优点。

桃红四物汤由熟地黄、当归、赤芍、桃仁、红花和川芎组成,源自《不知医必要》卷四,主治经脉气血凝滞而痛胀者。羟基红花黄色素 A (hydroxysafflor yellow A, HSYA) 为一种查耳酮苷,具有较强药理活性,临床作为活血化瘀药。本试验选择 HSYA 提取量和干膏收率的综合评分为指标,比较红花制成定量压制饮片前后在煎煮过程中各指标的变化^[6],为定量压制饮片的推广应用提供参考。

1 材料

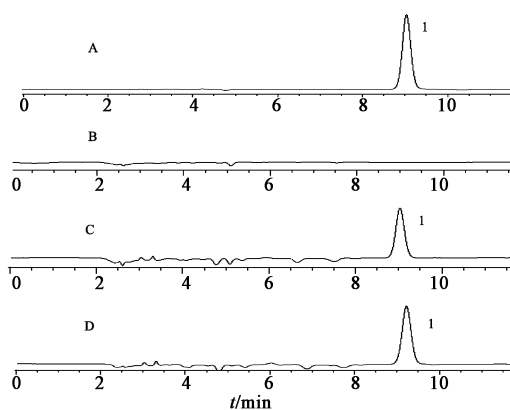
1100 系列高效液相色谱仪(美国安捷伦公司),BP211D 型电子分析天平(德国赛多利斯公司),XFB-400B 小型中药粉碎机(吉首市中诚制药机械制造有限公司),101A-3 型干燥箱(上海市实验仪器总厂),永欣 TW-2000W 型可调温电炉(郸县永结电器总厂)。

红花药材购自四川省中药饮片有限责任公司,产地新疆,经成都中医药大学药鉴教研室严铸云教授鉴定为菊科植物红花 *Carthamus tinctorius* L. 的干燥花,熟地黄、当归、赤芍、桃仁、川芎购自四川新荷花中药饮片股份有限公司,经严铸云教授鉴定均符合《中国药典》2010 年版一部相关项下要求;羟基红花黄色素 A 对照品(HSYA,批号 111637-201207,中国食品药品检定研究院,纯度 92.5%),水为重蒸馏水,乙腈为色谱纯,其他试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 色谱条件 Diamonsil C₁₈ 色谱柱(4.6 mm × 250 mm, 5 μm),流动相 0.7% 磷酸溶液-乙腈-甲醇(77:2:21,以三乙胺调节 pH 6.0 ± 0.1),流速 1.0 mL·min⁻¹,柱温 30 °C,进样量 10 μL,检测波长 403 nm。理论塔板数按 HSYA 峰计算不低于 3 000,见图 1。

2.2 饮片压制前后溶出曲线比较 精密称取红花传统饮片 200 g,加 14 倍量水浸泡 30 min,分别于煎煮(煮沸后开始计时)5,10,15,20,30,40,50,60 min



A. 对照品;B. 阴性样品;C. 供试品;
D. 红花药材;1. 羟基红花黄色素 A

图 1 桃红四物汤 HPLC

时取样 100 mL 备用,同时向药液中补充同温同体积水;分别精密吸取样品溶液各 2 mL,置 10 mL 量瓶中,加 25% 甲醇定容至刻度,摇匀,经 0.45 μm 微孔滤膜滤过,取续滤液作为供试品溶液。分别称取定量压制饮片 200 g,同法制备供试品溶液,按 2.1 项下色谱条件测定 HSYA 含量。精密吸取样品溶液各 25 mL,置已恒重的蒸发皿中,水浴蒸干,于 105 °C 干燥 3 h,置干燥器中冷却 30 min,迅速精密称定质量,计算干膏收率。由于 HSYA 为红花压制饮片中主要有效成分,权重系数选择 0.6;干膏收率作为煎煮工艺的参考指标,能部分反映红花压制饮片的煎煮质量,但干膏收率与疗效不成正相关,故权重系数定为 0.4,综合评分 = (X/X_{max} × 0.4 + Y/Y_{max} × 0.6) × 100, X 表示干膏收率, Y 为 HSYA 提取量,结果见表 1。

表 1 红花定量压制饮片压制前后煎出率的比较

煎煮时间 /min	压制饮片			压制前饮片		
	羟基红花黄色素 A 提取量 /mg·g ⁻¹	干膏收率 /%	综合评分	羟基红花黄色素 A 提取量 /mg·g ⁻¹	干膏收率 /%	综合评分
5	7.810	29.503	97.44	7.002	27.699	88.94
10	7.761	29.839	97.49	6.890	28.427	89.01
15	7.754	30.287	98.01	6.862	28.818	89.29
20	7.530	30.959	97.14	6.848	28.874	89.25
30	7.124	31.071	94.16	6.596	29.602	88.24
40	7.173	31.183	94.68	6.547	29.994	88.36
50	7.061	31.351	94.03	6.393	30.329	87.60
60	6.536	31.519	90.21	6.204	30.497	86.36

将表 1 中数据输入 SPSS 13.0 软件进行统计分析,经配对 t 检验处理后,结果发现不同时间点红花压制饮片煎液中 HSYA 提取量和干膏收率均高于红

花压制前饮片,差异具有极显著性。红花压制饮片在不同时间煎出率的综合评分均略高于压制前饮片。在20 min前红花压制前后的饮片煎出率各自变化均不大;20 min后煎出率呈下降趋势。

2.3 红花定量压制饮片复方煎煮方法学考察

2.3.1 溶液的制备 精密称取适量 HSYA 对照品,加25%甲醇制成 $0.1295\text{ g}\cdot\text{L}^{-1}$ 对照品溶液。按处方比例精密称取桃红四物汤中各味药材(红花600 g,当归200 g,川芎100 g,赤芍400 g,熟地黄100 g,桃仁600 g),加5倍量水浸泡30 min,煎煮15 min,滤过,加水定容至6 L,精密吸取该溶液2 mL,置10 mL棕色量瓶中,加25%甲醇定容至刻度,摇匀,经 $0.45\text{ }\mu\text{m}$ 微孔滤膜滤过,取续滤液作为供试品溶液。同法制备缺红花的阴性样品溶液。

2.3.2 线性关系考察 分别精密吸取 HSYA 对照品溶液1,3,5,7,15 μL ,按2.1项下色谱条件测定,以峰面积为纵坐标,进样量为横坐标,得回归方程 $Y=182.27X+1.3384$ ($r=1.0000$),线性范围 $0.1295\sim 1.9425\text{ }\mu\text{g}$ 。

2.3.3 精密度试验 精密量取 HSYA 对照品溶液适量,按2.1项下色谱条件连续进样6次,计算 HSYA 峰面积的 RSD 0.10%,表明仪器精密度良好。

2.3.4 稳定性试验 精密吸取同一份供试品溶液,分别于制样后0,2,4,6,8,10 h按2.1项下色谱条件测定,结果 HSYA 峰面积的 RSD 0.26%,表明供试品溶液在10 h内稳定。

2.3.5 重复性试验 取同一批样品溶液,按2.3.1项下方法制备供试品溶液6份,按2.1项下色谱条件测定,计算样品中 HSYA 质量浓度 $0.2706\text{ g}\cdot\text{L}^{-1}$,RSD 0.88%,表明该方法重复性良好。

2.3.6 加样回收率试验 精密量取已知 HSYA 质量浓度($0.2706\text{ g}\cdot\text{L}^{-1}$)的样品溶液1 mL置于10 mL棕色量瓶中,共6份,各精密加入 HSYA 对照品溶液($0.1128\text{ g}\cdot\text{L}^{-1}$)2 mL,按2.3.1项下方法制备供试品溶液,按2.1项下色谱条件测定,计算 HSYA 的平均加样回收率100.21%,RSD 2.69%,表明该方法的回收率较好。

2.4 饮片压制前后对复方煎煮效果的影响 按桃红四物汤(缺红花)处方比例称取药材(当归200 g,川芎100 g,赤芍400 g,熟地黄100 g,桃仁600 g),方中红花600 g分别用压制前后的饮片代替,共6份,均分为机器煎煮组与传统煎煮组,按2.3.1项下方法制备供试品溶液,按2.1项下色谱条件测定

HSYA 含量,按2.2项下方法计算干膏收率,结果见表2,表明定量压制饮片传统煎煮法和机器煎煮法的煎出效率均高于压制前饮片,且差异显著。

表2 红花定量压制饮片压制前后对桃红四物汤煎煮效果的影响($n=3$)

样品	煎煮方法	羟基红花黄色素 A 提取量	干膏收率	综合评分
		$(\bar{x}\pm s)/\text{mg}\cdot\text{g}^{-1}$	$(\bar{x}\pm s)/\%$	
压制前饮片	机器煎煮	3.359 ± 0.771	20.376 ± 1.134	62.90
	传统煎煮	5.042 ± 0.673	27.506 ± 0.719	90.24
定量压制饮片	机器煎煮	3.957 ± 0.449	24.688 ± 0.686	75.02
	传统煎煮	5.712 ± 0.685	29.516 ± 1.461	100

2.5 饮片压制前后对红花煎煮效果的影响 精密称取红花传统饮片100 g,共6份,等分为机器煎煮组与传统煎煮组,分别加10倍量水浸泡30 min,第1次煎煮保持微沸15 min,第2次煎煮保持沸腾10 min,滤过,合并滤液并加水定容至1.8 L,备用。精密称取定量压制饮片100 g,共6份,等分为机器煎煮组与传统煎煮组,同法制备定量压制样品溶液。精密吸取各样品溶液2 mL,按2.2项下方法制备供试品溶液并计算干膏收率,结果见表3,表明在红花单味药的煎煮过程中,定量压制饮片的传统煎煮法和机器煎煮法的煎出效率均高于压制前饮片,且差异显著。

表3 红花定量压制饮片压制前后对红花煎煮效果的影响($n=3$)

样品	煎煮方法	羟基红花黄色素 A 提取量	干膏收率	综合评分
		$(\bar{x}\pm s)/\text{mg}\cdot\text{g}^{-1}$	$(\bar{x}\pm s)/\%$	
压制前饮片	机器煎煮	5.267 ± 0.703	23.931 ± 2.108	59.67
	传统煎煮	8.113 ± 0.779	34.123 ± 1.108	88.97
定量压制饮片	机器煎煮	6.345 ± 1.947	26.096 ± 1.049	68.94
	传统煎煮	9.313 ± 3.506	37.192 ± 1.272	100

3 讨论

中药饮片定量压制机为自主研发,该压制设备已获国家实用新型专利,该设备的压制压力、压制时间和压制规格均可调节,在相同压力、水分的条件下,改变压制规格,只需改变压制时间即具有良好的可压性。不同压制方法所得红花压制饮片样品外观及体积等参数稍有差别。单次压制1块样品均光滑平整,厚度均匀;压制多块时,底层压制样品较上层紧实,压制样品越多上下紧实情况区别越明显。红花压制后脱落后瓣较普通饮片稍多。

试验结果表明压制不会影响红花饮片的煎煮效果,反而能提高煎煮效率。因为红花经压制后增加

神曲制备过程中配料比考察

刘腾飞¹, 贾天柱^{1,2*}

(1. 辽宁中医药大学药学院, 辽宁 大连 116600;

2. 辽宁省中药炮制工程技术研究中心, 辽宁 大连 116600)

[摘要] 目的: 优选神曲制备过程中配料比。方法: 选择麦麸与面粉用量比(麸面比)、麸面与赤小豆的用量比(碳氮比)为考察因素, 将不同配料比制备的神曲在恒温恒湿箱中发酵 5 d, 取出, 低温烘干后制备酶液, 测定淀粉酶、糖化酶和蛋白酶的酶活力, 综合 3 个指标优选神曲配料比, 并对其甲醇提取部位进行 HPLC 特征图谱分析, 以最佳配料比神曲的特征图谱为参照谱, 采用《中药指纹图谱相似度评价系统》2004 年 A 版进行相似度评价。结果: 最佳麸面比 70:30, 碳氮比 100:2。不同麸面比和碳氮比的样品指纹图谱相似度均 >0.9。结论: 酶活力高的神曲在化学成分上与其他样品差异不大, 可推广于实际生产中应用。

[关键词] 神曲; 酶活力; 配料比; 特征图谱; 赤小豆; 苦杏仁; 青蒿

[中图分类号] R283.6 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2014)15-0040-04

[doi] 10.13422/j.cnki.syfjx.2014150040

[网络出版地址] <http://www.cnki.net/kcms/detail/11.3495.R.20140609.1548.021.html>

[网络出版时间] 2014-06-09 15:48

Investigation of Materials Compatibility in Preparation Process of Massa Medicata Fermentata

LIU Teng-fei¹, JIA Tian-zhu^{1,2*}

[收稿日期] 20131107(023)

[基金项目] 国家科技重大专项(2010ZX09401-304-105A)

[第一作者] 刘腾飞, 在读硕士, 从事中药发酵研究, Tel:15524879707, E-mail: lufe567@126.com

[通讯作者] * 贾天柱, 教授, 博士生导师, 从事中药炮制原理研究, Tel:0411-85896135, E-mail: jiatzh@126.com

了饮片的密度, 可避免饮片在浸泡、煎煮时漂浮于液面, 更易浸入水中, 有利于饮片浸润及成分溶出。文献报道 HSYA 本身具备极强的水溶性且热稳定性较差, 温度对红花中 HSYA 含量存在显著影响, 随温度升高和加热时间的延长, HSYA 会发生降解^[7]。故本文在考察溶出曲线时先浸泡后加热, 沸腾后 HSYA 含量逐渐下降, 煮沸 20 min 后下降趋势明显。

采用 f_2 相似因子对红花溶出曲线进行相似性评价, 以 HSYA 为参比, f_2 的取值范围 0~100。FDA 认为, 当 2 条溶出曲线的 f_2 在 50~100 时表明两制剂的溶出度相似, 无显著差异。经计算本文中 $50 < f_2 < 100$, 表明红花定量压制饮片压制前后的 HSYA 溶出行为相似, 压制饮片未改变其内在质量。

[参考文献]

[1] 夏玉叶, 闵暘. 羟基红花黄色素 A 对脑循环障碍影响

的实验研究[J]. 中国药理通讯: 自然科学版, 2004, 21(3):6.

[2] 张丽范, 于美霞. 红花注射液治疗冠心病心肌缺血的临床观察[J]. 心血管康复医学杂志, 2002, 11(4):455.

[3] 万秋, 刘秀明, 杨文婷, 等. 红花黄色素研究概述[J]. 生命的化学, 2013, 33(2):54.

[4] 邓苏平. 中药饮片小包装存在的不足及需要解决的问题[J]. 中国药房, 2010, 21(31):2969.

[5] 宋英, 盛蓉, 谈静, 等. 中药饮片的定量压制研制[J]. 中国医院药学杂志, 2012, 32(18):1457.

[6] 宋英, 盛蓉, 陈佳, 等. 金银花压制饮片和传统饮片的比较[J]. 中国实验方剂学杂志, 2013, 19(16):24.

[7] 王慧, 张立伟, 晋民杰, 等. 羟基红花黄色素 A 稳定性研究[J]. 太原科技大学学报, 2010, 31(1):81.

[责任编辑 刘德文]